

? t 1/7

1/7/1

DIALOG(R) File 351:DERWENT WPI

(c)1999 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

011488445

WPI Acc No: 97-466350/199743

**Solid form cleaner for hard surfaces - contains e.g. sodium tripolyphosphate and sodium silicate**

Patent Assignee: TEEPOL KK (TEEP-N)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
JP 9217100	A	19970819	JP 9625207	A	19960213	C11D-017/00	199743 B

Priority Applications (No Type Date): JP 9625207 A 19960213

Patent Details:

Patent	Kind	Lan	Pg	Filing Notes	Application	Patent
JP 9217100	A		12			

Abstract (Basic): JP 9217100 A

The cleaner is a solid with a specific gravity of 0.7-1.4 and good shape maintenance, molded from aggregates of solid particles with an average diameter of 0.05-2.0 mm, by binding each other with water liberated from hydrates contained at least in the part of them.

Also claimed is production of the composition of aggregates containing hydrates, mixing uniformly and standing for the specified time to solidify naturally without heating or compressing.

USE - Cleaner is for hard surface of metal, glass, porcelain and plastic mouldings.

ADVANTAGE - The solid cleaner has a low specific gravity, composed of particles bound loosely each other, and has good handling.

Dwg.0/0

Derwent Class: D25

International Patent Class (Main): C11D-017/00

International Patent Class (Additional): C11D-007/14; C11D-007/16

?

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-217100

(43) 公開日 平成9年(1997)8月19日

(51) Int. Cl. <sup>4</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 1 D	17/00		C 1 1 D	17/00
	7/14			7/14
	7/16			7/16

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願平8-25207
(22) 出願日	平成8年(1996)2月13日

(71) 出願人	591028474 ティーボール株式会社 東京都渋谷区代々木2丁目1番1号
(72) 発明者	安藤 欣隆 埼玉県川口市上青木4丁目12-4 ティー ボール株式会社内
(72) 発明者	比佐 清隆 埼玉県川口市上青木4丁目12-4 ティー ボール株式会社内
(74) 代理人	弁理士 西藤 征彦

(54) 【発明の名称】 固形洗淨剤およびその製法

(57) 【要約】

【課題】 全く水を加えることなく非加熱・非加圧で自然固化させることによって得られる、全く新しい固形洗淨剤およびその製法を提供する。

【解決手段】 平均粒子径が0.05~2.0mmに設定された粉粒状の固体粒子の集合体からなり、少なくともその一部に水化物を含む洗淨剤組成物を調製して均一に混合し、この混合物を非加熱・非加圧下で所定時間放置することにより自然固化させるようにした。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均粒子径が0.05～2.0mmに設定された粉粒状の固体粒子の集合体が、少なくともその一部に含まれる水化物からの離脱水を介して互いに結着し、比重0.7～1.4の保形性ある成形品を形成していることを特徴とする固形洗淨剤。

【請求項2】 平均粒子径が0.05～2.0mmに設定された粉粒状の固体粒子の集合体からなり、少なくともその一部に水化物を含む洗淨剤組成物を調製して均一に混合し、この混合物を非加熱・非加圧下で所定時間放置することにより自然固化させるようにしたことを特徴とする固形洗淨剤の製法。

【請求項3】 上記洗淨剤組成物を、バッチ槽内で調製し、均一に混合したのち、所定量ずつ型内に充填し、型内で自然固化させるようにした請求項2記載の固形洗淨剤の製法。

【請求項4】 上記洗淨剤組成物が、金属イオン封鎖剤として燐酸アルカリ金属塩が5～50重量%含有され、上記洗淨剤として水酸化アルカリ金属塩が1～50重量%、下記の化学式(1)で示される珪酸アルカリ金属塩が5～50重量%含有されているものである請求項2または3記載の固形洗淨剤の製法。

【化1】  $xM_2O \cdot ySiO_2 \cdot zH_2O \cdots (1)$   
〔ただし、x, y, zは付加モル数。x:yは0.25:1～5:1。zは1, 5, 9のいずれかの整数。また、Mはカリウムまたはナトリウム。〕

【請求項5】 上記珪酸アルカリ金属塩がメタ珪酸ナトリウム・9水塩である請求項4記載の洗淨剤組成物。

【請求項6】 上記洗淨剤組成物が、金属イオン封鎖剤として燐酸アルカリ金属塩が5～50重量%含有され、上記洗淨剤として水酸化アルカリ金属塩が1～50重量%、硫酸ナトリウム・10水塩および炭酸ナトリウム・10水塩の少なくとも一方が5～50重量%含有されているものである請求項2または3記載の固形洗淨剤の製法。

【請求項7】 上記洗淨剤組成物が、金属イオン封鎖剤として燐酸アルカリ金属塩が5～50重量%含有され、上記洗淨剤として下記の化学式(2)で示される珪酸アルカリ金属塩が1～50重量%、硫酸ナトリウム・10水塩および炭酸ナトリウム・10水塩の少なくとも一方が5～50重量%含有されているものである請求項2または3記載の固形洗淨剤の製法。

【化2】  $xM_2O \cdot ySiO_2 \cdot zH_2O \cdots (2)$   
〔ただし、x, y, zは付加モル数。x:yは0.25:1～5:1。zは0, 1, 5, 9のいずれかの整数。また、Mはカリウムまたはナトリウム。〕

【請求項8】 上記珪酸アルカリ金属塩が、下記の化学式(3)で示される珪酸アルカリ金属塩である請求項7記載の固形洗淨剤の製法。

【化3】  $xM_2O \cdot ySiO_2 \cdot zH_2O \cdots (3)$

〔ただし、x, y, zは付加モル数。x:yは0.25:1～5:1。zは1, 5, 9のいずれかの整数。また、Mはカリウムまたはナトリウム。〕

【請求項9】 上記珪酸アルカリ金属塩が、下記の化学式(4)で示される珪酸アルカリ金属塩である請求項7記載の固形洗淨剤の製法。

【化4】  $xM_2O \cdot ySiO_2 \cdot zH_2O \cdots (4)$

〔ただし、x, y, zは付加モル数。x:yは0.25:1～5:1。z=0。また、Mはカリウムまたはナトリウム。〕

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、金属、ガラス、陶磁器、プラスチック等の硬表面の洗淨に適し、特に自動食器洗淨機等を用いた取扱いの安全性からみて好適な固形洗淨剤およびその製法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来から、ホテル、レストラン、給食会社、病院、会社の食堂等において、使用後の食器を効率よく洗淨するために、自動食器洗淨機が広く用いられている。また、食品に限らず各種製造工場、加工工場等においても、器具や容器、流通に用いられるプラスチックコンテナ等を洗淨するために自動洗淨機が用いられている。これらの自動洗淨機では、従来から、粉末洗淨剤を用いて洗淨することが知られている。

【0003】しかしながら、粉末洗淨剤を用いる場合、上記自動洗淨機に接続される洗剤注入装置に、粉末洗淨剤を定期的に投入しなければならず、その際、洗淨剤の粉末が飛散するため、作業者の皮膚への粉末の付着や吸引が生じ、衛生管理上問題となっている。また、上記粉末洗淨剤は、装置内で水または湯に溶解され液体として洗淨槽内に注入されるが、粉末洗淨剤の各成分の溶解濃度を均一に溶解することが困難であるという問題もある。

【0004】これに対し、粉末洗淨剤に代えて液体洗淨剤を用いることが提案されている。しかし、上記液体洗淨剤は、粉末のように飛散するおそれがなく衛生的である反面、溶媒の割合が高く有効成分の割合が低いため、比較的多量の洗淨剤が必要になるという問題がある。このため、交換単位が重量物となり、交換作業が容易でないとともに、これを保管するのに多大なスペースを要する。また、液体洗淨剤の収容に汎用される肉厚ポリエチレン容器は、難燃性、難分解性であるため、その廃棄処理が問題となる。

【0005】そこで、近年、固形洗淨剤を用いることが提案され、一部で賞用されている。この方式によれば、衛生的に、高濃度の洗淨剤を均一な濃度で供給することができるという利点を有する。そして、コンパクトな紙容器を用いることができるため、取扱いが容易で、保管スペースも少なく済む。また、容器の処理も簡単であ

る。これらの利点から、固形洗浄剤に対する需要の増大が見込まれている。

【0006】上記固形洗浄剤は、高濃度の洗浄剤を含有する洗浄剤組成物を加熱溶解し、これを冷却固化して得る方法が一般的であるが、加熱溶解を行うと、熱安定性の悪い洗浄剤成分が熱分解するおそれがあることと、加熱のためのエネルギーコストがかかるため、加熱溶解を行わないか、できるだけ加熱温度を低くして効率よく洗浄剤組成物を固化させることが重要な課題となっている。このような観点から、2種類の固形成分を粒状のまま注型したのち水を噴霧して固形成分同士を結着させる立体固体注型洗剤組成物（特公昭59-4480号公報）や、制限的に水を配合して加熱溶解工程を経由することなく全体を固化させることのできる洗浄剤組成物（特表平6 505280号公報）等、各種のものが提案されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、これらの組成物において、完全に水の配合をゼロにしたものはなく、いずれもある程度の水を加えるか、特定成分を溶液の形にして加えたりしているため、組成物全体に水分をゆきわたらせるのが困難であるという問題や、水と他の成分との割合が微妙で組成物の調製が難しいという問題を有する。

【0008】本発明は、このような事情に鑑みなされたもので、固体粒子からなる洗浄剤組成物を、全く水を加えることなく非加熱・非加圧で自然固化させることによって得られる、全く新しい固形洗浄剤およびその製法の提供をその目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するため、本発明の請求項1にかかる発明は、平均粒子径が0.05～2.0mmに設定された粉粒状の固体粒子の集合体が、少なくともその一部に含まれる水化物からの離脱水を介して互いに結着し、比重0.7～1.4の保形性ある成形品を形成していることを特徴とする固形洗浄剤である。

【0010】また、本発明の請求項2にかかる発明は、平均粒子径が0.05～2.0mmに設定された粉粒状の固体粒子の集合体からなり、少なくともその一部に水化物を含む洗浄剤組成物を調製して均一に混合し、この混合物を非加熱・非加圧下で所定時間放置することにより自然固化させるようにしたことを特徴とする固形洗浄剤の製法である。

【0011】さらに、本発明の請求項3にかかる発明は、上記固形洗浄剤の製法において、洗浄剤組成物の調製をバッチ槽で行う例を示したものであり、また本発明の請求項4～9にかかる発明は、上記請求項2または3にかかる固形洗浄剤の製法において好適な洗浄剤組成物を用いた例を示したものである。

【0012】なお、本発明において、「水化物」とは、分子の形で水を含む化合物のことをいう。

【発明の実施の形態】

【0013】つぎに、本発明の実施の形態について説明する。

【0014】まず、本発明の固形洗浄剤は、平均粒子径が0.05～2.0mmに設定された粉粒状の固体粒子の集合体で構成され、少なくともその一部に水化物を含むものでなければならない。すなわち、本発明は、後述する水化物に含まれる水分を経時的に離脱させ、この離脱水によって、固形洗浄剤を構成する固体粒子同士を結着させて全体を一定形状に自然固化させるのであり、水もしくは水溶液を全く配合しない。これが本発明の大きな特徴である。したがって、上記固体粒子集合体の平均粒子径が2.0mmよりも大きいと、上記離脱水だけでは、固体粒子全体を均一に固化することができず、固形洗浄剤が形成されない。また、同様の趣旨から、上記固体粒子集合体において、その最大粒径が2.5mmを超えないようにすることが望ましい。逆に、上記固体粒子集合体の平均粒子径が0.05mmよりも小さいと、組成物の調製に手間がかかり、しかも得られる固形洗浄剤の溶解性が悪いため、本発明の特長が活かされない。

【0015】上記粉粒状の固体粒子集合体は、洗浄剤組成物からなり、通常、金属イオン封鎖剤と、洗浄剤と、ビルダー等の各種添加剤とで構成される。

【0016】上記金属イオン封鎖剤としては、磷酸アルカリ金属塩が好適であり、上記磷酸としては、オルソ磷酸、ポリ磷酸、ピロ磷酸、メタ磷酸、ヘキサメタ磷酸等があげられる。また、これらと化合させるアルカリ金属としては、ナトリウム、カリウム等があげられる。そして、上記磷酸アルカリ金属塩のなかでもトリポリリン酸ナトリウムが好適である。なお、磷酸アルカリ金属塩以外に、エチレンジアミンテトラ酢酸塩、ニトリロ3酢酸3ナトリウム塩等を用いることができる。

【0017】また、上記洗浄剤としては、水酸化アルカリ金属塩、珪酸アルカリ金属塩、硫酸塩、炭酸塩等、各種の塩類があげられる。

【0018】上記水酸化アルカリ金属塩としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等があげられる。

【0019】また、上記珪酸アルカリ金属塩としては、下記の化学式(5)で示されるものが好適であり、なかでも、洗浄性能および分散性能の点から、下記のx:yが1:1～3:1、特に1:1～2:1のものが好適である。例えば、メタ珪酸ナトリウム・9水塩が好ましい。また、無水メタ珪酸ナトリウム、ジ珪酸ナトリウム、層状珪酸ナトリウム（SKS-6、ヘキスト社製）等を用いることもできる。

【0020】

【化5】 $xM_2O \cdot ySiO_2 \cdot zH_2O \cdots \cdots (5)$

〔ただし、x, y, zは付加モル数。x:yは0.2

5:1~5:1。zは0, 1, 5, 9のいずれかの整数。また、Mはカリウムまたはナトリウム。]

【0021】さらに、上記硫酸塩としては、硫酸ナトリウム・10水塩等が好適であり、上記炭酸塩としては、炭酸ナトリウム・10水塩、炭酸水素ナトリウム、セスキ炭酸ナトリウム等が好適である。

【0022】また、洗浄力向上のためのビルダーとして、無水硫酸ナトリウム、無水炭酸ナトリウム、無水炭酸カリウム等を用いることができる。また、クエン酸ナトリウム、グルコン酸ナトリウム、酒石酸ナトリウム、リンゴ酸ナトリウム、コハク酸ナトリウム等のカルボン酸塩等を用いることができる。さらに、その他の有機ビルダーとして、エタン-1, 1-ジホスホン酸塩、エタン-1, 1, 2-トリホスホン酸塩、エタン-1-ヒドロキシ-1, 1-ジホスホン酸塩およびその誘導体、エタンヒドロキシ-1, 1, 2-トリホスホン酸、エタン-1, 2-ジカルボキシ-1, 2-ジホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸等のホスホン酸、2-ホスホノブタン-1, 2-ジカルボン酸、1-ホスホノブタン-2, 3, 4-トリカルボン酸、 $\alpha$ -メチルホスホノコハク酸等のホスホノカルボン酸塩、アスパラギン酸、グルタミン酸等のアミノ酸塩等を用いることができる。

【0023】さらに、漂白効果を付与させる目的で、クロロイソシアヌル酸塩等の塩素系酸化剤や、過炭酸ナトリウム、過ほう酸ナトリウム、過フタル酸ナトリウム等の酸素系酸化剤等を用いることができる。

【0024】また、汚れの乳化分散を向上させる目的で、界面活性剤を用いることができる。上記界面活性剤としては、低泡性のものが好ましく、例えばポリオキシエチレンポリオキシプロピレン重合体、燐酸エステル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンひまし油、ポリオキシエチレンアルキルアミン、グリセリン脂肪酸エステル、高級脂肪酸アルカノールアミド、アルキルグルコシド、アルキルアミノオキサライド等があげられる。

【0025】さらに、分散剤として、ポリエチレングリコール、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン等の非解離高分子物質、カルボキシメチルセルロース、キサンタンガム等を用いることができる。

【0026】また、油污れに対する洗浄効果を高めるために、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、N-メチル-2-ピロリドン、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテ

ル、テトラエチレングリコールモノメチルエーテル、テトラエチレングリコールモノエチルエーテル等の溶剤を配合できる。

【0027】そして、漂白活性化剤、ハイドロトロープ剤、シリコーン系消泡剤、香料、着色剤、腐食防止剤等の公知成分を配合することもできる。

【0028】さらに、組成物の固化効果を高めるために、有機電解質高分子重合体を用いることができる。このような有機電解質高分子重合体としては、ポリアクリル酸、ポリアコニット酸、ポリイタコン酸、ポリシトラコン酸、ポリフマル酸、ポリマレイン酸、ポリメタコン酸、ポリ- $\alpha$ -ヒドロキシアクリル酸、ポリビニルホスホン酸、スルホン化ポリマレイン酸、無水マレイン酸ジイソブチレン共重合体、無水マレイン酸スチレン共重合体、無水マレイン酸メチルビニルエーテル共重合体、無水マレイン酸エチレン共重合体、無水マレイン酸エチレンクロスリンク共重合体、無水マレイン酸酢酸ビニル共重合体、無水マレイン酸アクリロニトリル共重合体、無水マレイン酸アクリル酸エステル共重合体、無水マレイン酸ブタジエン共重合体、無水マレイン酸イソブレン共重合体、無水マレイン酸と一酸化炭素から誘導されるポリ- $\beta$ -ケトカルボン酸、イタコン酸エチレン共重合体、イタコン酸アコニット酸共重合体、イタコン酸マレイン酸共重合体、イタコン酸アクリル酸共重合体、マロン酸メチレン共重合体、イタコン酸フマル酸共重合体、エチレングリコールエチレンテレフタレート共重合体、ビニルピロリドン酢酸ビニル共重合体等があげられる。これらは、単独で用いても2種以上を併用してもよい。これらのなかでも、アクリル酸、マレイン酸、メタクリル酸、フマル酸、イタコン酸等を単独もしくは組み合わせてなる重合体や共重合体が好適である。

【0029】上記粉粒状の固体粒子集合体を自然固化させるための水化物は、洗浄剤の一部もしくは全部として用いられる。上記水化物を含む好ましい洗浄剤組成物の例としては、金属イオン封鎖剤として燐酸アルカリ金属塩5~50重量%（以下「%」と略す）、洗浄剤として、水酸化アルカリ金属塩1~50%と、前記化学式(5)で示される珪酸アルカリ金属塩のうち水化物5~50%とを含有する組成の洗浄剤組成物があげられる。

【0030】また、金属イオン封鎖剤として燐酸アルカリ金属塩5~50%、洗浄剤として、水酸化アルカリ金属塩1~50%と、硫酸ナトリウム・10水塩および炭酸ナトリウム・10水塩の少なくとも一方5~50%とを用いた組成の洗浄剤組成物や、同じく燐酸アルカリ金属塩5~50%、洗浄剤として、無水珪酸ナトリウム1~50%と、硫酸ナトリウム・10水塩および炭酸ナトリウム・10水塩の少なくとも一方とを用いた組成の洗浄剤組成物、さらに、上記と同様の組成であって無水珪酸ナトリウムに代えて、前記化学式(5)で示される珪酸アルカリ金属塩のうち水化物を用いた組成の洗浄剤組

成物等が好適である。

【0031】なお、本発明に用いる洗浄剤組成物において、前記界面活性剤等の液状成分（非水）を配合する場合には、その配合割合を10%以下に設定することが好適である。そして、乳化分散性および洗浄性の点から、特に0.1~4.0%の範囲内に設定することが好適である。

【0032】本発明の固形洗浄剤は、上記洗浄剤組成物を用い、例えばつぎのようにして製造することができる。すなわち、上記洗浄剤組成物を、その平均粒子径が前記範囲内となるよう調整し、バッチ箱内で均一に攪拌混合したのち、所定量ずつ所定形状の型内に充填する。そして、非加熱・非加圧下で所定時間放置する。この間、上記洗浄剤組成物中の洗浄剤の一部もしくは全部として含まれる水化物の水分が、これを取り込んでいる結晶構造から離脱して外部にしみ出し、経時的に各粒子を湿潤させていく。このため、湿潤した粒子同士が互いに結着して最終的に全体が自然固化し、その型形状に沿った、保形性ある成形品が得られる。このようにして、目的とする固形洗浄剤を得ることができる。

【0033】なお、上記型としては、洗浄剤供給用のカートリッジ容器をそのまま型として用いてもよいし、あるいは所定の型を用いて固化を行ったのち、上記カートリッジ容器あるいは他の包装容器等に移しかえるようにしてもよい。

【0034】また、上記型内での自然固化時間は、組成物全体の量によるが、例えば100gの組成物は、遅くとも24時間以内、通常1~5時間で完全に固化する。したがって、従来、固形洗浄剤を得るには、全体を加熱溶解により液化して注型後、冷却して固化させるか、粉粒状組成物に一定量の水や水溶液を付加する等の操作が必要であったところ、本発明によれば、これらの操作が不要となり、粉粒状組成物を均一に混合した状態で所定の型（容器）内に充填し放置しておくだけで、簡単に、目的とする固形洗浄剤を得ることができる。このため、製造コストを低く抑えることができる。また、加熱を要しないため、熱安定性の悪い成分の性能を損なうことなく、洗浄力に優れた固体洗浄剤を提供することができる。さらに、組成物中に全く水を配合しないため、従来用いることのできなかった加水分解しやすい高性能成分をも用いることができるようになり、洗浄力を一層向上させることができる。しかも、このようにして得られた固形洗浄剤は、加圧されておらず、固体粒子同士が互いに互いの表面に結着しているにすぎないため、粒子間に微妙な空隙が残留し、比重の軽い固形洗浄剤となる。すなわち、本発明の固形洗浄剤は、その比重が0.7~1.4で、従来のもの（比重1.5~2）に比べて軽い。したがって、この固形洗浄剤を、自動食器洗浄器等に接続される洗剤注入装置に装填し、水または湯に溶解させて使用する場合、従来のものに比べて溶解しやすく、使い

勝手がよいという利点を有する。

【0035】さらに、上記製法では、粉粒状の洗浄剤組成物を、バッチ箱内で均一に攪拌混合したのち、型内に充填するようにしているが、必ずしもこの手順に従う必要はない。例えば、エクストルーダ等のスクリュース式混合押出機を用い、上記洗浄剤組成物の各構成成分を、上記押出機の内部で攪拌混合し、均一混合状態で所定量ずつ型内、あるいはカートリッジ容器内に押し出し充填するようにしてもよい。また、洗浄剤組成物の各構成成分を、型内に直接、順次投入し、上記型内で組成物の攪拌混合を行うようにしても差し支えない。

【0036】そして、本発明の固形洗浄剤は、上記型内から取り出して取り扱っても、型から取り出さず型と一体的に取り扱っても差し支えない。すなわち、脱型して剥き出しになった固形洗浄剤を、剥離性に優れた紙材もしくはフィルム等で包装し、これを商品として市場に出すことができる。あるいは、前述のように、カートリッジ式の洗浄剤として、カートリッジ容器を型として、その中に本発明の固形洗浄剤を作り、脱型することなく容器ごと、洗浄剤カートリッジとして市場に出すことができる。また、大型の型内で固化したものを脱型し、取り扱いやすい大きさに切断したのち、包装等して商品化することもできる。

【0037】つぎに、実施例について比較例と併せて説明する。

【0038】

【実施例1~10】下記の表1~表3に示す組成（単位は重量部、以下の表においても同じ）で洗浄剤組成物を調製した。なお、各成分の粒径を調整して、組成物全体の平均粒子径が0.8mmとなるようにするとともに、その最大粒子径が1.5mmを超えないようにした。そして、各サンプルを100gずつ250ミリリットルのプラスチック容器に充填し密閉したのち、室温（20~25℃）で1日静置した。つぎに、上記洗浄剤組成物が充填された容器を180°逆さにして、内容物の固化の程度を、下記のとおり評価するとともに、内容物の比重を計測し、その結果を後記の表1~表3に併せて示した。

【0039】〔固化の評価〕

◎…逆さにして振っても崩れ落ちない。

○…逆さにして振ると一部崩れ落ちるが、振らなければ保持できる。

△…逆さにするだけで一部崩れ落ちる。

×…逆さにすると全体が崩れ落ちる。

【0040】また、上記サンプルの固化したものを、従来公知の、固形洗浄剤装填タイプの自動食器洗浄機（JWD-6、石川島播磨重工業社製）に装填し、下記の条件で実際に食器洗いに供し、その洗浄力を下記のとおり評価した。その結果も後記の表1~表3に併せて示した。

## 【0041】〔洗浄力の設定条件〕

- ・標準洗浄サイクル
- ・洗剤濃度 0.12%
- ・洗浄温度 55℃
- ・すすぎ温度 80℃
- ・使用水硬度 (CaCO<sub>3</sub> 濃度として) 70~75 ppm

【0042】〔評価手法〕マーガリン70重量部（以下「部」と略す）を適当な容器に入れ加温溶解したのち、粉ミルク15部、無脂肪ミルク5部、小麦粉10部を加えて均一に溶解し、さらに水30部を加えてペースト状にしたものを標準汚れとした。そして、直径20cmの\*

\*陶器皿に、上記標準汚れを8g/1枚となるよう付着させ、常温で1時間乾燥させた。そして、このようにして汚した皿を10枚1組として、上記の条件で洗浄したのち、その汚れ落ち具合を、目視により下記のとおり評価した。

◎…90%以上汚れ除去

○…70~90%汚れ除去

△…50~70%汚れ除去

×…50%未満の汚れ除去

## 【0043】

## 【表1】

		実 施 例			
		1	2	3	4
トリポリリン酸ナトリウム		30	30	30	30
水 化 物	メタ珪酸ナトリウム・9水塩	10	---	---	---
	硫酸ナトリウム・10水塩	---	10	---	5
	炭酸ナトリウム・10水塩	---	---	10	5
無 水 物	水酸化ナトリウム	42	42	42	42
	無水珪酸ナトリウム	---	---	---	---
	無水硫酸ナトリウム	---	---	---	---
	無水炭酸ナトリウム	---	---	---	---
評 価	固化の程度	◎	◎	◎	◎
	比重	1.4	0.9	1.0	0.9
	洗浄性	◎	◎	◎	◎

【0044】

※40※【表2】

		実 施 例			
		5	6	7	8
トリポリリン酸ナトリウム		30	30	30	30
水 化 物	メタ珪酸ナトリウム・9水塩	5	5	--	10
	硫酸ナトリウム・10水塩	5	--	10	10
	炭酸ナトリウム・10水塩	--	5	10	--
無 水 物	水酸化ナトリウム	--	--	--	--
	無水珪酸ナトリウム	--	--	30	20
	無水硫酸ナトリウム	--	--	--	10
	無水炭酸ナトリウム	--	--	--	20
評 価	固化の程度	◎	◎	◎	◎
	比重	1.4	1.4	1.0	1.0
	洗浄性	◎	◎	◎	◎

【0045】

\* \* 【表3】



		実施例9	実施例10
トリポリリン酸ナトリウム		20	--
エチレンジアミンテトラ酢酸ナトリウム		--	20
水 化 物	メタ珪酸ナトリウム・9水塩	50	--
	硫酸ナトリウム・10水塩	--	30
	炭酸ナトリウム・10水塩	--	--
無 水 物	水酸化ナトリウム	30	40
	無水珪酸ナトリウム	--	--
	無水硫酸ナトリウム	--	10
	無水炭酸ナトリウム	--	--
評 価	固化の程度	◎	◎
	比重	0.7	0.7
	洗浄性	◎	◎

【0046】

【実施例11～22】下記の表4～表6に示す組成で洗浄剤組成物を調製した。なお、組成物全体の平均粒子径30およびその最大粒子径の設定は上記実施例と同様にした。そして、上記実施例と同様にしてその固化の程度、\*

\* 比重および洗浄性を評価し、その結果を下記の表4～表6に併せて示した。

【0047】

【表4】

		実 施 例			
		11	12	13	14
金属イオン封鎖剤	トリポリリン酸ナトリウム	--	--	5	50
	エチレンジアミンテトラ酢酸ナトリウム	20	--	--	--
	ニトリロ3酢酸3ナトリウム	--	20	--	--
メタ珪酸ナトリウム・9水塩		30	30	30	30
水酸化ナトリウム		35	--	42	14
無水珪酸ナトリウム		--	35	--	--
無水硫酸ナトリウム		--	--	23	6
評価	固化の程度	◎	◎	◎	◎
	比重	0.8	1.2	0.9	0.9
	洗浄性	◎	◎	◎	◎

【0048】

\* \* 【表5】

		実 施 例			
		15	16	17	18
金属イ オン封 鎖剤	トリポリリン酸ナトリウム	20	20	50	20
	エチレンジアミンテトラ酢酸ナ トリウム	--	--	--	--
	ニトリロ3酢酸3ナトリウム	--	--	--	--
メタ珪酸ナトリウム・9水塩		5	50	49	11
水酸化ナトリウム		50	21	1	50
無水珪酸ナトリウム		--	--	--	--
無水硫酸ナトリウム		25	9	--	19
評 価	固化の程度	○	◎	◎	◎
	比重	1.3	0.8	0.9	1.1
	洗浄性	◎	◎	◎	◎

【0049】

\* \* 【表6】

		実 施 例			
		19	20	21	22
金属イオン封鎖剤	トリポリリン酸ナトリウム	30	30	30	30
	エチレンジアミンテトラ酢酸ナトリウム	--	--	--	--
	ニトリロ3酢酸3ナトリウム	--	--	--	--
メタ珪酸ナトリウム・9水塩		20	20	20	20
水酸化ナトリウム		35	35	35	35
無水珪酸ナトリウム		--	--	--	--
無水硫酸ナトリウム		14.9	11	10	5
界面活性剤（ポリアルキレン重合体）		0.1	4	5	10
評価	固化の程度	◎	◎	○	○
	比重	1.0	1.0	1.0	0.9
	洗浄性	◎	◎	◎	◎

【0050】

【実施例23～29、比較例1、2】組成物全体の平均粒子径および最大粒子径が下記の表7、表8に示す値となるよう各成分の粒度を調整した。それ以外は前記実施例1と同様にして、目的とする洗浄剤組成物を得た。そ\*

\*して、上記実施例と同様にして、その固化の程度、比重および洗浄性を評価し、その結果を下記の表7、表8に併せて示した。

【0051】

【表7】

		比較例 1	実 施 例			
			2 3	2 4	2 5	2 6
組成物の平均粒子径 (mm)		0. 0 3	0. 0 5	0. 1	0. 3	0. 8
最大粒子径 (mm)		0. 5	1. 5	1. 5	1. 0	1. 5
評 価	固化の程度	◎	◎	◎	◎	◎
	比重	1. 5	1. 4	1. 3	1. 2	1. 1
	洗浄性	△	◎	◎	◎	◎

【0052】

※50※【表8】

21

22

		実 施 例			比較例2
		27	28	29	
組成物の平均粒子径 (mm)		1.2	1.5	2.0	2.5
最大粒子径 (mm)		2.0	2.0	2.5	3.0
評 価	固化の程度	○	○	△	×
	比重	1.0	0.95	0.9	0.85
	洗浄性	○	○	○	△

## 【0053】

【比較例3】下記の組成の洗浄剤組成物を、55～65℃で加熱溶融し、溶融液100gを、上記実施例と同様の容器に充填し、注型固化した。このようにして得られた比較例3品についても、上記実施例と同様に、その固化の程度、比重および洗浄性を評価し、その結果を下記の表9に示した。

## 【0054】〔比較例3の組成〕

水酸化ナトリウム	40部
トリポリリン酸ナトリウム	30〃
オルソ燐酸ナトリウム	5〃
水分	25〃
計	100〃

## 【0055】

## 【表9】

		比較例3
評 価	固化の程度	○
	比重	1.7
	洗浄性	△

## 【0056】

\*

\*【発明の効果】以上のように、本発明の固形洗浄剤は、加圧されておらず、固体粒子同士が単に互いの表面に結着しているにすぎないため、粒子間に微妙な空隙が残留し、比重0.7～1.4の軽い固形洗浄剤となる。したがって、従来の固形洗浄剤に比べて溶解しやすく、使い勝手がよいという利点を有する。そして、本発明の固形洗浄剤の製法によれば、固体粒子集合体である洗浄剤組成物の少なくとも一部に用いられる水化物の離脱水によって、上記固体粒子集合体を非加熱・非加圧下で自然に固化させて固形洗浄剤を得るようにしているため、従来のように、全体を加熱溶融により液化して注型後、冷却して固化させたり、粉粒状組成物に一定量の水や溶液を付加する等の操作が不要となり、粉粒状組成物を、均一混合状態で所定の型（容器）内に充填し放置しておくだけで、簡単に、目的とする固形洗浄剤を得ることができる。このため、製造コストを低く抑えることができる。また、加熱を要しないため、熱安定性の悪い成分の性能を損なうことがなく、洗浄力に優れた固体洗浄剤を提供することができる。さらに、組成物中に全く水を配合しないため、従来用いることのできなかった加水分解しやすい高性能成分をも用いることができるようになり、洗浄力を一層向上させることができる。

40

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**